

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-109233

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)5月9日

C 03 C 3/06
G 02 B 1/00
H 01 S 3/086570-4G
8106-2H

7630-5F H 01 S 3/08

Z

審査請求 未請求 請求項の数 14 (全8頁)

⑮ 発明の名称 紫外線レーザ用合成シリカガラス光学体及びその製造方法

⑯ 特 願 平2-154081

⑰ 出 願 平2(1990)6月14日

優先権主張 ⑱ 平1(1989)6月14日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 平1-149466

㉑ 発 明 者 山 形 茂 福島県郡山市田村町金屋字川久保88 信越石英株式会社石
英技術研究所内

㉒ 発 明 者 稲 木 恭 一 福島県郡山市田村町金屋字川久保88 信越石英株式会社石
英技術研究所内

㉓ 発 明 者 松 谷 利 勝 福島県郡山市田村町金屋字川久保88 信越石英株式会社石
英技術研究所内

㉔ 出 願 人 信越石英株式会社 東京都新宿区西新宿1丁目22番2号

㉕ 代 理 人 弁理士 高橋 昌久

1) 発明の名称

1. 発明の名称

紫外線レーザ用合成シリカガラス光学体及び
その製造方法

2. 特許請求の範囲

1) 脈理除去及び内部歪除去の処理を施したOH基
含有合成シリカガラス体からなり、該ガラス体は
その仮想温度分布に基づく屈折率変動分布とOH基
濃度分布に基づく屈折率変動分布とが互いに打消
し合い実質的に屈折率変動の無い構成としてあ
り、かつ、紫外線レーザ照射による光透過率低下を
抑制するに十分な量の水素分子を含有しているこ
とを特徴とする紫外線レーザ用合成シリカガラス
光学体。

2) 前記合成シリカガラス光学体は、OH基の最低
濃度領域におけるOH基濃度が少なくとも50ppmで
あり、かつ該OH基濃度が低濃度領域から高濃度領
域へ変曲点を持つことなく順次増加する分布であ
ることを特徴とする請求項1)記載の合成シリカ
ガラス光学体。

3) 前記シリカガラス光学体が水素分子含有量略
 5×10^{16} (molecules/cm³) 以上であることを特徴
とする請求項1)記載の合成シリカガラス光学
体。

4) 前記シリカガラス光学体が、真空下での1000
℃昇温時における水素分子放出量略 1×10^{20} (mol
ecules/m²) 以上になるように水素を含有している
ことを特徴とする請求項1)記載の合成シリカガ
ラス光学体。

5) 前記紫外線レーザがKrFエキシマレーザであ
ることを特徴とする請求項1)記載の合成シリカ
ガラス光学体。

6) 前記紫外線レーザがArFエキシマレーザであ
ることを特徴とする請求項1)記載の合成シリカ
ガラス光学体。

7) 前記合成シリカガラス光学体が、アルカリ金
属(Li, Na, K)含有量150ppb以下、アルカリ土類金
属(Mg, Ca)含有量100ppb以下、遷移金属(Ti, Cr,
Fe, Ni, Cu)含有量50ppb以下のものであることを
特徴とする請求項1)記載の合成シリカガラス光

学体。

8) 前記合成シリカガラス光学体が、アルカリ金属元素Li, Na, Kの各含有量が50ppb以下、アルカリ土類金属元素Mg, Caの各含有量が10ppb以下、遷移金属元素Ti, Cr, Fe, Ni, Cuの各含有量が10ppb以下のものであることを特徴とする請求項1)記載の合成シリカガラス光学体。

9) 前記合成シリカガラス光学体が、三方向脈理フリーのものであることを特徴とする請求項1)記載の合成シリカガラス光学体。

10) 前記合成シリカガラス光学体が複屈折率5(nm/cm)以下のものであることを特徴とする請求項1)記載の合成シリカガラス光学体。

11) 前記合成シリカガラス光学体が屈折率変動分布幅 $\Delta n \times 10^{-4}$ 以下のものであることを特徴とする請求項1)記載の合成シリカガラス光学体。

12) OH基を含有する脈理フリーの高純度合成シリカガラス塊で、OH基濃度が中心域から周縁域に向けて変曲点を持つことなく順次高くなるように設定した該ガラス塊を温度1000~1200℃に一定時

間加熱し徐冷することにより内部歪除去の処理を施すと共に、この徐冷工程によってガラス塊の周縁域から中心域方向に形成される仮想温度分布に基づく屈折率変動分布と前記OH基濃度分布に基づく屈折率変動分布とを互いに打消し合う構成とし、ついでこのガラス塊を常圧ないし加圧の水素ガス雰囲気中で200~1000℃に加熱処理することにより、紫外線レーザー照射による光透過率低下を抑制するに十分な量の水素分子をドーブすること

を特徴とする合成シリカガラス光学体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

「産業上の利用分野」

本発明は、略360nm以下の紫外線レーザーに使用されるレンズ、窓部材、ミラー、プリズム、フィルタ、エタロン板、その他のレーザー光用の合成シリカガラス製光学体及びその製造方法に関する。「従来の技術」

近年におけるLSIの微細化、高集積化の進展は極めて著しく、すでにチップ当りの素子数が百万以上のVLSIの時代に入っている。これに伴ないウエハ上に集積回路パターンを描画するリソグラフィ技術においてもその開発が急速に進み、より微細な線巾例えば1MビットDRAMに対応する線巾1 μ m、4MビットDRAMに対応する線巾0.8 μ mが開発されている。そして今やサブミクロンの線巾すなわち16Mビット乃至256MビットDRAMに対応する0.5乃至0.2 μ mの線巾で描画可能なリソグラフィ技

術の開発が急務とされている。しかしながら従来の光リソグラフィ技術はその欠点として露光波長が大きいこと、回折により解像力が制限されるという問題があり、上記要請を満足することはできない。光の短波長化を図るために、400nm以下の紫外線を用いた技術が開示されているが、従来の光学ガラスを用いたレンズでは使用波長が365nm(i線)付近より光透過率が急激に低下するために、レンズ材料を従来の光学ガラスから石英ガラスに代える必要があるが、石英ガラスに通常の紫外線を透過した場合光スペクトル巾が広いために色収差が発生してしまう。そこでスペクトル巾の狭い且つ紫外域で発振する高出力パルスレーザーであるエキシマレーザー、特にサブミクロン単位のより鮮明画像を得るために短波長なKrF(248nm)、ArF(193nm)を前記光リソグラフィ用の光源として用いた技術が検討されている。

しかしながらエキシマレーザー光は従来のi線、

問加熱し徐冷することにより内部歪除去の処理を施すと共に、この徐冷工程によってガラス塊の周縁域から中心域方向に形成される仮想温度分布に基づく屈折率変動分布と前記OH基濃度分布に基づく屈折率変動分布とを互いに打消し合う構成とし、ついでこのガラス塊を常圧ないし加圧の水素ガス雰囲気中で200~1000℃に加熱処理することにより、紫外線レーザー照射による光透過率低下を抑制するに十分な量の水素分子をドーブすること

を特徴とする合成シリカガラス光学体の製造方法。

13) 前記内部歪除去の処理工程を経たガラス塊について、水素分子ドーブに先立って減圧下に200~1000℃に加熱することにより脱ガス処理を施すことを特徴とする請求項12)記載の光学体の製造方法。

14) 前記ガラス塊についての内部歪除去の処理を水素ガス雰囲気中で実施し、その徐冷工程において常圧ないし加圧雰囲気下で200~1000℃に所定時間維持することにより、ガラス塊中へ紫外線

術の開発が急務とされている。しかしながら従来の光リソグラフィ技術はその欠点として露光波長が大きいこと、回折により解像力が制限されるという問題があり、上記要請を満足することはできない。光の短波長化を図るために、400nm以下の紫外線を用いた技術が開示されているが、従来の光学ガラスを用いたレンズでは使用波長が365nm(i線)付近より光透過率が急激に低下するために、レンズ材料を従来の光学ガラスから石英ガラスに代える必要があるが、石英ガラスに通常の紫外線を透過した場合光スペクトル巾が広いために色収差が発生してしまう。そこでスペクトル巾の狭い且つ紫外域で発振する高出力パルスレーザーであるエキシマレーザー、特にサブミクロン単位のより鮮明画像を得るために短波長なKrF(248nm)、ArF(193nm)を前記光リソグラフィ用の光源として用いた技術が検討されている。

しかしながらエキシマレーザー光は従来のi線、

8線等に比較して極めてパワーが大であり而も発振波長の短波長化が進むにつれ、例え前記石英ガラスを用いて前記レーザ光用光学部材を製作したとしても該レーザ光が長時間照射されるとレンズ等の光学部材がダメージを受け、透過率の低下等の光学特性が低下し、最終的にクラックが発生するという問題が生じる。

ところで、従来水晶を溶融して造った天然石英ガラスを水素ガス雰囲気中で約400～1000℃で加熱することにより電離線の作用によりその石英ガラスが着色を生じるのを防止しようとする技術が提案されている(特公昭40-10228号参照)が、このような単に水素処理を施しただけにすぎない石英ガラスでは耐レーザ性が不充分であり、前記問題点を解決することができない。

他方、本出願人等は先に特開昭64-28240号において、略400nm以下の紫外線レーザ光に使用される光学用石英ガラス部材において、脈理除去、特に三方向脈理フリーの石英ガラス材よりなり、光が透過する区域において屈折率変動幅 Δn が $5 \times$

仮想温度分布を示す。

従って前記シリカガラス塊の屈折率分布の均一化を図るためには、シリカガラスの合成による高純度化とともに、その後における前記熱処理時における仮想温度分布の平坦化を図らねばならないが、その改善には限界があり、結果として前記屈折率分布の均質化を図るのは極めて困難である。

そこで本発明は、OH基濃度分布による屈折率変動を効果的に組合せることにより、前記問題を解決することを目的とする。

「課題を解決するための手段」

本発明は、屈折率分布の変動要因たる仮想温度差を極力0に近づけて、光学部材における屈折率の高均一性を得るのではなく、逆に前記仮想温度差を実質的に0にする事が不可能であるために、前記変動要因の温度差の発生を許容しつつ該温度差に対応させてOH基濃度分布状態を各々適切に規制する事により、前記各々の分布状態に起因して発生する屈折率変動を互いに打消し、結果として少なくとも一の断面方向における屈折率分布の変動

10^{-6} 以下の均質性を有することを特徴とする光学用石英ガラス部材を提案した。しかし、かかる光学部材は高純度合成石英ガラス塊を加熱し脈理を除去した後、円柱状等の所望形状に成型し、更に内部歪除去と均質化を図る為に加熱-徐冷処理(アニール処理)し、光学部材を作製するものである。該徐冷工程時に該光学部材の中心域と周縁域とでの温度差を生じ、仮想温度(Fictive temperature)分布が発生する。該仮想温度分布の発生は結果として屈折率変動の分布を引き起こし更なる改良が望まれていた。

「発明が解決しようとする課題」

前記徐冷工程において徐冷速度を極力遅くしても、外気と接する周縁側と中心域側の徐冷速度を均一化しながら徐冷する事は不可能であり、該徐冷中高温状態にあるガラス塊の中心域より周縁域の冷却速度が必然的に早くなってしまい、いわゆる中心域より周縁側に向け同心状にして且つその断面内における仮想温度(Fictive temperature)が中心域から周縁部に向って順次大きな値を示す

幅を 2×10^{-6} 以下に抑制した点にある。

更に、本発明の第二の特徴とする所は、内部歪除去の加熱処理後若しくは加熱処理と同時に行う水素ドーピング処理にて紫外線レーザ照射による光透過率低下を抑制するに充分な量の水素ガスをドーブした点にある。

前記水素ドーピング量の有効な範囲は、水素分子濃度の測定か又は水素分子放出量として測定することにより決定しうる。

その好ましい範囲は、前記水素ガスが 5×10^{16} (molecules/cm³) 分子濃度以上、若しくは真空中での1000℃昇温時における放出量が少なくとも 1×10^{20} (molecules/m²)以上になるように水素ガスをドーブさせるのがよい。

尚本発明による光学体は略360nmまでの特定波長域の紫外線、特にレーザ光に好適に使用される。波長域が360nm以上ではフォトンエネルギーが小さくなるので光学特性の安定性を考慮する必要性が少なく、本発明の光学体を必ずしも使用する必要性はない。

「作用」

本発明の作用を第1図に基づいて詳細に説明する。

前記したように高純度で且つ均一組成の合成シリカガラス塊を用いて加熱-徐冷処理を行った場合は、屈折率分布は前記仮想温度分布に依存してしまう為に、ガラス塊の中心域より周縁域に移行するに連れ順次屈折率が大きくなる曲線、例えば(B)に示すような軸対称で且つ凹型曲線状の屈折率分布が生じてしまう。

そこで前記屈折率分布を打消し、(試料番号10A)に示すような平坦な屈折率分布を得るためには、加熱処理前のシリカガラス塊の屈折率分布を(試料番号10C)のような、母材中心域から周縁域に移行するに連れ順次小になるよう軸対称で且つ凸型曲線状の分布形状にすればよい。

一方OH基濃度分布と屈折率分布は第1図に示すように逆相関関係にある為に、第1図の試料番号1及び2に示すようにその曲率カーブを任意に設定する事により、前記仮想温度分布に依存する屈

折率分布(B)を打消す屈折率分布(C)の形成が容易であり、これにより本願の効果を円滑に達成する事が可能となる。

尚、耐レーザ性能の評価要素である透過率や屈折率等の変化はOH基の濃度分布のみならず、その含有量に依存し、従ってOH基含有量を増大させる事により、蛍光特性、屈折率、透過率等の光学特性の安定性が向上するのは既に本発明者が先の出願(特願平1-134562号、特願昭63-219628号)において記載した通りである。

ただし、その理由はシリカガラスに強力なレーザ光を照射すると、ガラス網目構造を構成する原子間の結合が切断され、その結果透過率が低下し、吸収バンドが現われる。又、蛍光強度も増加するが、これら原子間の切断もガラス組織中に含まれるOH基や H_2 の存在等により大部分が修復されるものと推定される。

そこで、本発明は前記OH基濃度分布における最少濃度領域におけるOH基濃度を少なくとも50ppm以上に設定している。

さて、レーザ光用光学部材2は第2図に示すように、少なくとも前記OH基濃度分布を有する断面方向から直交する面方向にレーザ光入射面2aを設定する訳であるが、該光学部材2の場合は第2図に示す光学体1の一部を使用するものである為に、前記濃度分布の極大又は極小点があるとは限らず第2図の2A,2Cに示すように極大点又は極小点さえない場合もある。そこで請求項2)に記載した発明においては、水素ガスを含有する高純度合成シリカガラスを用いて形成するとともに、その入射面と直交する面内における屈折率分布変動幅(Δn)を抑制する為に、該面内におけるOH基濃度が、最少濃度領域から最大濃度領域に向けて変曲点をもつことなく順次大きい値を示す曲面状の分布になるように設定したことを特徴としている。

「実施例」

次に製造手順に従って、本発明の好ましい実施例を説明する。

先ず原料のケイ素化合物、 $CH_3Si(OCH_3)_3$ を蒸留

処理して不純物を除去させた後弗素樹脂ライニング付ステンレス製容器に貯溜した高純度原料を用意し、該高純度の $CH_3Si(OCH_3)_3$ 原料を酸水素炎中で加水分解反応させ円柱状の合成シリカガラスインゴットを製造するとともに、前記原料酸素及び水素の各種ガスの混合比を調整して円柱軸に対して、直交する断面におけるOH基濃度が中心域で最小値を示し、周縁域に移行するに従い順次大きくなる値を示す曲線状の分布、具体的にはOH基最小濃度が中心域にある軸対称の上に凹型分布曲線(略二次分布曲線)になるように制御し、もしくは該OH基濃度が中心域で最大値を示し、周縁域に移行するに従い順次小さくなる値を示す曲線状の分布、具体的にはOH基最大濃度が中心域にある軸対称の上に凸型分布曲線になるように制御し、もしくは該OH基濃度が均一であるように制御した。

尚、前記合成シリカガラスインゴット中のOH基濃度及びOH基濃度分布は原料ガスと酸水素ガスとの混合比率を調整するのみならず、合成装置のバーナー形状、バーナー位置等を変化させて制御す

ることが可能である。

次に、これらインゴットを一定の直径の棒状体に延伸した後、横型浮遊体域融解法(FZ法)により混練り均質化し、三方向脈理フリーとした。そして前記インゴット群よりOH基の含有量が3ppm以下、略100ppm、略400ppmのインゴット1' (第2図参照)を分取した。

そして、前記のようにして合成されたインゴット1'を加熱成型し室温まで放冷した後円柱体側面の外周研削と上下面の平面研削を行いφ200×L60mmのガラス光学体を形成し、OH基濃度分布測定を行った。

この結果、前記OH基濃度分布曲線に対応する屈折率分布曲線の最大点と最小点間の屈折率変動幅(Δn)は、後記する加熱-徐冷処理による仮想温度分布と対応させて逆相関分布に設定され、具体的には現状の熱処理による仮想温度分布差が前記合成シリカガラスの直径によっても異なるが有効域(光透過域)において多くとも4℃以内の範囲にあることから、前記OH基濃度の最小点を100ppm

を100ppm以上に設定しつつそのOH基濃度分布差(最大点と最小点の濃度差: ΔOH)を略600ppm以内になるように設定される。

次に、前記各種OH基濃度を有するシリカガラスインゴットを電気加熱炉内の石英ガラスチャンバー内に設置して、各々HCl雰囲気下(表1の試料番号1',2')と、5%のHClを加味したH₂雰囲気下(表1及び図1の試料番号1~6)にて、各々1100~1200℃で一定時間保持した後、仮想温度分布差が有効域(光透過域)において略2℃_{PT}になるように制御しながら約200℃の温度以下になるまで一定のプログラムにより徐冷を行い、その後大気放冷を行った。

この際、熱処理温度を1100~1200℃の範囲とした理由は、合成シリカガラスの垂点が約1020℃、徐冷点が約1120℃とされており、1020℃から1120℃のガラス転移領域を含む温度領域で熱処理することが有効であると考えられるからである。

この結果、前記仮想温度分布による屈折率分布が軸を通る断面内における屈折率曲線が軸におい

て最小値を示し、周縁域に移行するに従い順次大きい値を示す曲線、具体的には屈折率の最小値が母材中心域にある上に凹型曲線(略二次曲線)状になり、OH基濃度分布に基づく屈折率分布と対称形状となる。(第1図(A)の試料番号1,2)

従って前記熱処理後のシリカガラスインゴットの周縁域を研削したシリカガラス光学体(φ150×L10mm)の屈折率分布は、前記仮想温度分布により形成される屈折率分布と、OH基濃度分布により形成される屈折率分布が加算される結果、屈折率変動幅(Δn)の小さい高均質なシリカガラス光学体1を得ることができる。

そして、該光学体の所望部分を必要に応じて研削その他の加工をされた光学体は、屈折率変動幅(Δn) 2×10^{-6} 以下という高い均質性を示すことになる。(第1図(A)の試料番号1,2)

しかしながら、OH基を含有しないインゴットやOH基濃度略400ppmでかつ均一なOH基濃度分布を有するインゴットでは、前記内部歪除去のための徐冷工程において発生する仮想温度分布による屈折

率分布をOH基濃度分布による屈折率分布で打ち消すことができないために、加熱処理されたシリカガラスインゴットを研削して作られた合成シリカガラス光学体において、 Δn (屈折率変動幅)が 2×10^{-6} 以下という高均質性は得られなかった。

(第1図(A),(B)の試料番号3,4)

さらに、該OH基濃度分布が前記徐冷工程において発生する仮想温度分布による屈折率分布を打ち消すような分布を有しないインゴットでは、加熱処理された該インゴットを研削して作られた合成シリカガラス光学体の Δn (屈折率変動幅)は、 $7 \sim 8 \times 10^{-6}$ という不均質なものであった。(第1図(B)の試料番号5,6)

次に、前記熱処理後の各インゴットについてアルカリ金属元素Li,Na,K、アルカリ土類金属元素Mg,Ca及び遷移金属元素Ti,Cr,Fe,Ni,Cuの各元素の微量分析を原子吸光光度法及び中性子放射化分析法にて行ってみると、いずれもアルカリ金属元素が0.05ppm以下、アルカリ土類が0.01ppm前後、遷移金属元素が0.01ppm以下と高純度が維持されて

いた。

そして、このようにして形成した内部歪のない複屈折が $5(\text{nm}/\text{cm})$ 以下のインゴットを $40 \times 30 \times 130\text{mm}$ の寸法に切断しかつ両面鏡面仕上を行ってエキシマレーザ照射実験用試験片を作成すると同時に H_2 ガス測定用サンプルとして寸法 $40 \times 20 \times 11\text{mm}$ でかつ両面を鏡面仕上したもの及び寸法 $10 \times 10 \times 20(1)\text{mm}$ でかつ3面を鏡面仕上したものを作成して H_2 放出量及び H_2 濃度の測定を行う。前記 H_2 ガス放出量の測定はサンプルをセットした石英チャンバー内を真空雰囲気にした後、 $4^\circ\text{C}/\text{min}$ で 1000°C まで昇温させた後、該 1000°C にて2hr保持する。その時放出される各種ガスを四重極型質量分析計に導入し、分子の種類と量を測定する。(森本幸裕、他、照明学会 東京支部大会誌、PP.16～25、1989)

さらに、レーザラマン散乱測定法による H_2 ガス濃度測定では、サンプルをセットした後Arレーザ(488nm)で照射し $4135(\text{cm}^{-1})$ と $800(\text{cm}^{-1})$ の散乱光の強度比より H_2 ガス濃度を計算する。(V.S.Kho

キシマレーザ(248nm)でのデータと比較を行った(表2参照)。

この結果、OH基を略 100ppm 以上含有しかつ水素分子濃度略 $5 \times 10^{16}(\text{molecules}/\text{cm}^3)$ 以上又は水素分子放出量略 $1 \times 10^{20}(\text{molecules}/\text{m}^2)$ 以上の値を有する試料では、非常に高い耐エキシマレーザ性が得られたが(第1図(A),(B)及び表1の試料番号1,2,4,5,6)、一方水素分子濃度略 $5 \times 10^{16}(\text{molecules}/\text{cm}^3)$ 以上又は水素分子放出量略 $1 \times 10^{20}(\text{molecules}/\text{m}^2)$ 以上の値を有するがOH基を実質的に含行しない試料(試料番号3)では、好ましい耐エキシマレーザ性は得られなかった。

以上の実験結果を総合すると試料番号1と2が優れた耐エキシマレーザ性を示し、 Δn (屈折率変動幅)が 2×10^{-6} 以下、複屈折率 $5(\text{nm}/\text{cm})$ 以下、脈理フリーの高均質性を有することが確認された。

Limchenko, et.al. Zhurnal Prikladnoi Spektroskopii, Vol.46, No.6, PP.987～991,1986) これら測定結果によれば、試料番号1,2における H_2 放出量は略 $2 \times 10^{20}(\text{molecules}/\text{m}^2)$ 、試料番号1,2,3,4,5,6では H_2 濃度 $3 \times 10^{17} \sim 5 \times 10^{17}(\text{molecules}/\text{cm}^3)$ という値を得た(第1図(A),(B)参照)。

次に前記耐エキシマレーザ性評価用の試験片に対して、KrFエキシマレーザ(248nm)を用い、パルス当りエネルギー密度 $100,200,400(\text{mJ}/\text{cm}^2 \cdot \text{pulse})$ 及び照射パルス数 $1 \times 10^5, 1 \times 10^6, 1 \times 10^7(\text{pulse})$ の組合せから成る照射条件にて照射を行った。

そして、前記照射終了後の各試験片について、透過率の測定を行い、また、前記耐エキシマレーザ性評価用の別の試験片に対してArFエキシマレーザ(193nm)を用い、パルス当りエネルギー密度を $100(\text{mJ}/\text{cm}^2 \cdot \text{pulse})$ 、周波数を $100(\text{Hz})$ にて連続照射を行い、 5.8eV (略 215nm)における内部透過率が2%低下するまでの照射パルス数を測定し、KrFエ

表1 合成シリカガラス光学体の水素放出量及び水素分子濃度

試料番号	水素ガス放出量 ($\text{molecules}/\text{m}^2$)	水素分子濃度 ($\text{molecules}/\text{cm}^3$)
1	2×10^{20}	4×10^{17}
1'	1×10^{19}	$< 5 \times 10^{16}$
2	2×10^{20}	4×10^{17}
2'	1×10^{19}	$< 5 \times 10^{16}$

表2 透過率低下に関する耐エキシマレーザ性データ一覧

試料 番号	5.8eVの内部透過率52% 低下したの KrFエキシマレーザ 照射総パルス数(pulses) *1	5.8eVの内部透過率52% 低下したの ArFエキシマレーザ 照射総パルス数(pulses) *2
1	6×10^6	5×10^6
1'	$< 1 \times 10^4$	$< 1 \times 10^4$
2	2×10^6	8×10^6
2'	$< 1 \times 10^4$	$< 1 \times 10^4$
3	$< 1 \times 10^4$	$< 1 \times 10^4$
4	5×10^6	4×10^6
5	4×10^6	3×10^6
6	5×10^6	5×10^6

*1

*2

波長: KrF(248nm) ArF(193nm)
 パルスエネルギー: 400(mJ/cm²・P) 100(mJ/cm²・P)
 周波数: 100(Hz) 100(Hz)

「発明の効果」

以上記載の如く本発明によれば、脈理フリーで内部歪のない合成シリカガラス体をその仮想温度分布に基づく屈折率変動とOH基濃度分布に基づく屈折率変動で互いに打消し、実質的に屈折率変動のない構成にし、更に水素ドープを組合わせて、長期間にわたるエキシマレーザ光照射に対し透過率の低下を生ぜず耐レーザ性の優れた光学部材をうることができる。

4. 図面の簡単な説明

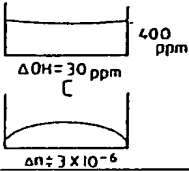
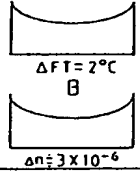
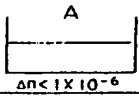
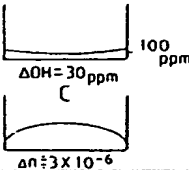
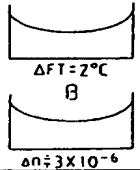
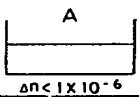
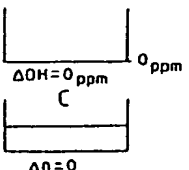
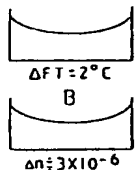
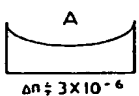
第1図(A)、(B)は合成シリカガラス光学体のOH基濃度分布とその屈折率分布換算及び仮想温度分布とその屈折率分布換算並びに屈折率分布の実測値を示すグラフ図である。

第2図は本発明の合成シリカガラス母材から光学体を切り出した時のOH基含有量分布を示す製造手順図である。

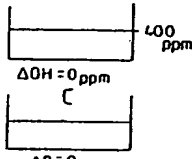
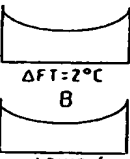
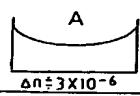
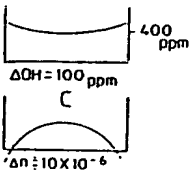
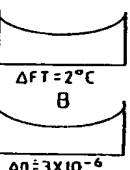
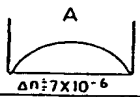
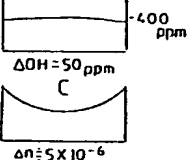
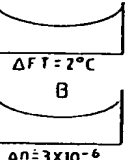
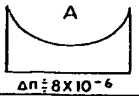
1 . . . 合成シリカガラス光学体

1' . . . 合成シリカガラスインゴット

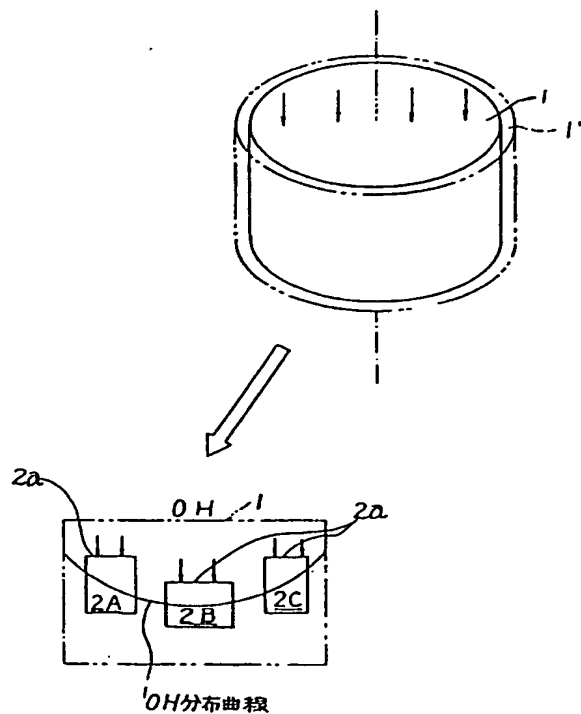
第1図(A)

試料 番号	合成シリカガラス光学体 (φ 160×t30mm)			水素放出量 (molecules/m ²)	水素分子濃度 (molecules/m ³)
	OH基濃度分布 屈折率分布換算	仮想温度分布 屈折率分布換算	屈折率分布 の実測値		
1				2×10^{20}	4×10^{17}
2				2×10^{20}	4×10^{17}
3				未測定	3×10^{17}

第1図(B)

試料 番号	合成シリカガラス光学体 (φ 160×t30mm)			水素分子放出量 (molecules/cm ²)	水素分子濃度 (molecules/cm ³)
	OH基濃度分布 屈折率分布換算	仮想温度分布 屈折率分布換算	屈折率分布 の実測値		
4	 $\Delta OH = 0 \text{ ppm}$ C $\Delta n = 0$	 $\Delta FT = 2^\circ\text{C}$ B $\Delta n = 3 \times 10^{-6}$	 A $\Delta n = 3 \times 10^{-6}$	未測定	4×10^{17}
5	 $\Delta OH = 100 \text{ ppm}$ C $\Delta n = 10 \times 10^{-6}$	 $\Delta FT = 2^\circ\text{C}$ B $\Delta n = 3 \times 10^{-6}$	 A $\Delta n = 7 \times 10^{-6}$	未測定	4×10^{17}
6	 $\Delta OH = 50 \text{ ppm}$ C $\Delta n = 5 \times 10^{-6}$	 $\Delta FT = 2^\circ\text{C}$ B $\Delta n = 3 \times 10^{-6}$	 A $\Delta n = 8 \times 10^{-6}$	未測定	5×10^{17}

第2図



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-109233

(43)Date of publication of application : 09.05.1991

(51)Int.Cl. C03C 3/06
G02B 1/00
H01S 3/08

(21)Application number : 02-154081

(71)Applicant : SHINETSU SEKIEI KK

(22)Date of filing : 14.06.1990

(72)Inventor : YAMAGATA SHIGERU

INAGI KYOICHI

MATSUTANI TOSHIKATSU

(30)Priority

Priority number : 01149466

Priority date : 14.06.1989

Priority country : JP

(54) SYNTHETIC SILICA GLASS OPTICAL BODY FOR ULTRAVIOLET LASER BEAM AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an optical member with the refractive index distribution uniformized and excellent in laser beam resistance by effectively combining the variations in the refractive index due to the OH group concn. distribution and applying internal stress relieving and hydrogen treatment to a glass gob.

CONSTITUTION: The high-purity synthetic silica glass gob contg. an OH group, free of striae and with the OH concn. increased successively from the center region toward the peripheral region without any inflection point is used. The gob is heated and then annealed to relieve stress, and the refractive index distribution based on the virtual temp. distribution formed from the peripheral region of the gob toward the center region is offset by the refractive index distribution based on the OH group distribution. The gob is then heated in a gaseous hydrogen atmosphere to dope the gob with hydrogen molecule in the enough amt. to control a decrease in the light transmittance due to the UV laser beam irradiation.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's